

суспензии от концентрации в ней твердой фазы. Экспериментальное изучение этой зависимости осуществляется на ротационном вискозиметре РВ-8.

По отношению показателей рабочей влажности комкуемой системы можно оценивать склонность этой системы к окомкованию. Показатель комкуемости (K) выражается соотношением

$$K = \frac{W_{в.ф.}^p}{W_{н.л.}^p} . \quad (5)$$

Численное значение этого показателя может изменяться в пределах от 0 до 1. Чем ближе значения $W_{в.ф.}^p$ и $W_{н.л.}^p$, тем ближе к единице величина показателя комкуемости и тем лучше комкуется материал.

Знание параметров K , $W_{в.ф.}^p$ и $W_{н.л.}^p$ позволяет рассчитывать без проведения сложных и длительных прямых опытов окомкования оптимальную величину влажности комкуемой шихты $W_{опт.}^p$ по уравнению

$$W_{опт.}^p = W_{в.ф.}^p + (W_{н.л.}^p - W_{в.ф.}^p)(1-K) . \quad (6)$$

Более того, изучение факторов, определяющих величину показателей $W_{в.ф.}^p$ и $W_{н.л.}^p$, являющихся критериями водно-физических и структурно-механических свойств комкуемых дисперсий, открывает практические пути повышения комкуемости, а следовательно, и эффективность процесса мокрого гранулирования.

Литература

1. В.М.Витюгин, А.С.Богма. Известия вузов. Черная металлургия, № 4, с. 18-22, 1969.
2. В.И.Коротич. Теоретические основы окомкования тонкозернистых железорудных концентратов. М., Металлургиздат, 1966.
3. А.А.Багров. Коллоидный журнал, № 4, с.486, 1968.
4. В.М.Витюгин, И.Н.Ланцман, П.Н.Докучаев. Бюллетень ЦИИИ черной металлургии, М., 22, с.32, 1971.

ИЗУЧЕНИЕ СКОРОСТИ ТЕРМИЧЕСКОГО УПЛОТНЕНИЯ КОРУНДОВЫХ МАТЕРИАЛОВ ДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

П.Г.Усов, А.Т.Добролюбов

В настоящее время наряду с статическими методами иссле-

дования кинетики усадки спрессованных порошковых тел при нагревании нашли применение динамические способы, использующие специальные дилатометрические устройства.

К области динамических методов можно отнести методики, предложенные Дорном, Вулфреем, Баннистером / 1 /, Ивенсеном / 2 / .

Первые три метода (Дорна, Вулфрея, Баннистера) / 1 / предусматривают изучение начальной стадии спекания в неизотермическом режиме термообработки образца. Они позволяют более полно и достаточно точно изучить быстропротекающие деформации образца в начальный период спекания, которые оказывают существенное воздействие на дальнейший ход уплотнения. Однако конечные стадии спекания находятся вне поля действия этих приемов. Весь процесс кинетики усадки металлических образцов исследован Ивенсеном / 2 / . Предложенный им путь исследования учитывает начальную плотность образца и изменение объема пор при его обжиге, что значительно повышает точность эксперимента.

Поскольку кинетика спекания корундовых образцов, как указывают Э.В.Дегтярева и К.С.Кайнарский / 3 /, зависит от условий тепловой обработки, то представляло интерес изучить скорость термического уплотнения корундовых материалов по методу В.А.Ивенсена.

С этой целью нами создана специальная высокотемпературная дилатометрическая установка (СВДУ) с автоматическим контролем температуры и записью результатов. СВДУ состоит из системы нагрева образца, системы подъема печи в вертикальной плоскости по соответствующим направляющим, системы контроля и регистрации температуры и системы замера и регистрации усадки образца при обжиге.

Нагрев образца до предельной температуры 1800°C осуществлялся высокотемпературной электропечью с цилиндрическим графитовым нагревателем. Регулировка температуры в печи производилась трансформатором, позволяющим плавно изменять напряжение на входе силового трансформатора. Потребляемая мощность печи 20 квт.

Пневматическим подъемником печь, разогретая до требуемой температуры, поднимается вверх по направляющим; при этом дилатометрическая труба с образцом, закрепленная над открытым каналом печи, помещается в зону обжига. Управление скоростью

движения печи осуществляется автоматическим включением и выключением компрессора при помощи блока реле времени, работающего по заданной программе. Время работы компрессора задается электронным реле в пределах 0,5 до 100 сек, а время выдержки — программным реле в пределах от 2 до 10 мин. При достижении образцом зоны обжига подъем печи автоматически прекращается и печь фиксируется на высоте концевым выключателем.

Скорость подъема печи определяет рост температуры образца до начала спекания, дальнейшая регулировка температуры осуществляется вручную. Система контроля и регистрации температуры состоит из электронного потенциометра ЭПП-09 и двух термопар ПР 30/6, одна из которых помещена в донной части печи, другая расположена внутри пустотелого цилиндрического штока — индентора и горячим спаем касается поверхности образца.

Изменение линейных размеров образца при температуре обжига посредством индентора и рычага передается на датчик ПФ-2 и непрерывно регулируется на диаграммной ленте вторичного прибора ВФСМ с точностью $\pm 0,5\%$. Показания прибора контролируются при помощи микрометрического индикатора.

Цилиндрические образцы с высотой и диаметром, равными 12 мм, прессовали в стальной форме при удельном давлении 4000 кг/см².

Образцы сушили до постоянного веса при 150°C в сушильном шкафу с засыпкой глиноземом. Пресспорошок получали из активированного порошка белого электрокорунда путем просева его через сито № 05, смешивания с 0,3% полиакриламида в качестве пластифицирующего и связующего вещества и выпаривания до влажности 0,5%.

Активация порошка корунда с размером зерен менее 2 мк осуществлялась введением в него различных количеств уксуснокислого раствора солей цинка, хрома, магния, выпариванием при перемешивании и прокаливании в течение 2 часов при 1000°C. Химическим и спектральным анализами в исходном материале было определено: 0,08 % $Na_2O + K_2O$; 0,2 % SiO_2 ; 0,11 % Fe_2O_3 и 0,06 % $CaO + MgO$. В полученном пресспорошке содержалось 0,025; 0,05; 0,075; 0,1; 0,125 и 0,2 вес. процента добавки окислов цинка, магния и хрома.

Объем образца и начальный объем пор рассчитывали по величине кажущейся плотности, определенной гидростатическим

взвешиванием предварительно парафинированных образцов (табл. I).

Таблица I

Количество активирующей добавки и свойства образцов
до обжига

Номер образца	33	34	35	36	37	38	39
Содержание добавки, % вес.	0,025	0,05	0,075	0,1	0,125	0,2	-
Объем, см ³	3,002	3,426	2,991	3,084	3,133	3,103	2,981
Объем пор, см ³	0,950	1,033	0,982	1,027	0,954	0,928	0,917
Кажущаяся плотность, г/см ³	2,511	2,503	2,498	2,503	2,561	2,555	2,565
Пористость, %	37,1	37,3	37,4	37,3	35,8	36,0	35,7

Образцы обжигали на установке СВДУ в непрерывном ступенчатом режиме до температуры 1650°C. Перепад температур между ступенями равнялся 50°C. На каждой ступени нагрева образец выдерживался 2 часа в изотермических условиях с одновременной непрерывной регистрацией усадки. Время перехода от одной температуры изотермической выдержки к другой составляло 10 мин. По полученным зависимостям величин сокращения длины образца от времени следует заметить, что спекание образцов с комбинированной добавкой окислов цинка, хрома и магния происходит более интенсивно, начиная с температуры 1400°C. Значения скоростей усадки образцов в конце изотермической выдержки при температурах 1300, 1500 и 1550°C приведены в табл. 2.

Из данных таблицы 2 заметно, что скорость усадки образцов чистого электрокорунда в конце двухчасовой выдержки мало зависит от температуры, в то время как для активированных образцов она остается еще достаточно высокой, что, по-видимому, потребует увеличения времени спекания при оптимальном режиме

Таблица 2

Скорости усадки образцов с различным содержанием активизирующей добавки

Температура изотермического обжига, °С	Скорость усадки, мм/час, образцов с различным содержанием активизирующей добавки, вес. %						
	0,0	0,025	0,05	0,075	0,1	0,125	0,2
1300	0,001	0,001	0,001	0,003	0,002	0,002	0,002
1500	0,003	0,042	0,057	0,077	0,050	0,050	0,056
1550	0,009	0,045	0,075	0,123	0,057	0,057	0,059

обжига масс. Отчетливо выделяется состав с содержанием 0,075% добавки. Скорость усадки образцов такого состава оказалась выше, чем для образцов с большим или меньшим количеством добавки.

В связи с этим представляло интерес рассчитать энергию активации спекания по методике / 2 /.

На основании полученных данных строили зависимость относительного изменения объема пор от времени,

$$\frac{v_c}{v_n} = \varphi(\tau)$$

$$\text{определяли по уравнению } \frac{v_c}{v_n} = \frac{d_k \frac{v_c}{v_n} - d_n}{d_k - d_n},$$

где d_k - плотность электрокорунда, 3,99 г/см³;

d_n - кажущаяся плотность спрессованного образца, г/см³.

$$\frac{V_c}{V_n} = \frac{\pi(d_n - \beta \Delta \ell)(\ell_n - \Delta \ell)}{4 V_n},$$

где V_n - объем спрессованного образца, см³; V_c - объем обожженного образца, см³; d_n, ℓ_n - диаметр и длина образца до спекания, см; $\beta = \frac{\Delta d_k}{\Delta \ell_k}$; $\Delta d_k, \Delta \ell_k$ - конечное изменение диаметра и длины, см.

Энергия активации "объемного течения" образца при спекании корунда рассчитывалась по формуле

$$E = 4,58 \frac{\ell_g \dot{v}_2 - \ell_g \dot{v}_1}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}}$$

Величины \dot{v}_2 и \dot{v}_1 - скорости изменения объема пор - оценивали из графика зависимости $\frac{v_c}{v_n} = \varphi(\tau)$ при температурах

T_1 и T_2 соответственно и приводили к 1 см^3 объема, поскольку в период перехода от одной температуры к другой происходило некоторое изменение объема. T_1 и T_2 - абсолютные температуры, $^{\circ}\text{K}$. Энергия активации спекания корунда с 0,05 вес. % добавки окислов цинка, хрома и магния оказалась равной:
для интервала температур $1573 - 1623^{\circ}\text{K}$ - 331 ккал/моль;
для интервала температур $1773 - 1823^{\circ}\text{K}$ - 559 ккал/моль.

Выводы

1. Для реализации динамического метода создана специальная высокотемпературная дилатометрическая установка (СВДУ). С помощью СВДУ прослежена динамика скорости спекания и установлено, что выбранная композиция окислов ускоряет процесс уплотнения порошка электрокорунда при обжиге; оптимальное время выдержки превышает 2 часа.

2. Рассчитана энергия активации спекания корундового образца с 0,05 % цинка, хрома и магния, которая при $1573 - 1623^{\circ}\text{K}$ составляет 331 ккал/моль. При температурах $1773-1823^{\circ}\text{K}$ энергия активации достигает 559 ккал/моль.

3. Предельная скорость усадки образцов с малыми добавками магния, цинка и хрома наблюдается при концентрации 0,075 вес. %. Отклонение их содержания в обе стороны от оптимальной концентрации на 0,025 % значительно снижает скорость уплотнения порошка корунда при обжиге.

Литература

1. Ж.Л.Вулфрей, М.Ж.Баннистер. Методы неизотермического исследования начальной стадии спекания. Стекло, керамика и огнеупоры, Экспресс-информация, 1973, № 7.
2. В.А.Ивенсен. Кинетика уплотнения металлических порошков при спекании, М., Metallurgizdat, 1971.
3. Э.В.Дегтярева, И.С.Кайнарский. ДАН СССР, 156, 4, 937, 1964.

СОВМЕСТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА И ЖЕЛЕЗА В КОРУНДЕ

А.В.Возняк, В.В.Кояин

Получаемые в настоящее время зерновые продукты хромистого электрокорунда (ЭХ) содержат примеси металлических хрома